

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **01-150444**

(43)Date of publication of application : **13.06.1989**

(51)Int.Cl.

**B22D 11/06**

**B22D 11/06**

**D01F 9/08**

(21)Application number : **62-310259**

(71)Applicant : **TOYOBO CO LTD**

(22)Date of filing : **08.12.1987**

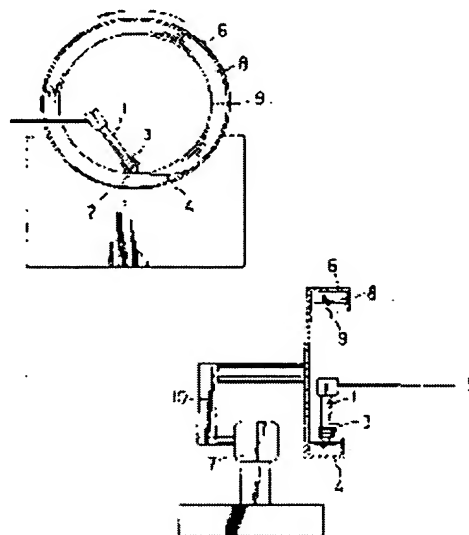
(72)Inventor : **ICHIYANAGI TAKAHARU  
ONO YOSHIKI  
ISHIHARA HIDEAKI**

## (54) METALLIC FIBER HAVING DIRECTIONAL DENDRITIC STRUCTURE AND PRODUCTION THEREOF

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To improve ductility and flexibility of metallic fiber by growing a primary arm at an angle within the specific value through the rotating liquid spinning method and forming the metallic fiber having the prescribed diameter as directional dendritic structure.

**CONSTITUTION:** Cooling liquid layer 8 is formed in a rotating drum 6 rotating at high speed and molten metal of Fe-Si based alloy, etc., is injected into the cooling liquid layer 8 from an injecting nozzle 2 at lower face of a crucible 1. Then, diameter of the nozzle 2 is set to  $\leq 100\mu\text{m}$  size and the injected molten metal is rapidly cooled and solidified, and the metallic fiber having texture of the dendritic crystal group growing the primary arm at the angle within  $20^\circ$  to the metallic fiber axis is formed. As the molten metal stream at the time of spinning is formed to fine, the growth of crystal is changed, to form the directional dendritic fiber. By this method, brittleness of the metallic fiber is improved and the ductility and the flexibility are improved.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許出願公告番号

特公平7-36942

(24) (44)公告日 平成7年(1995)4月26日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 D 11/06	3 6 0 E	7362-4E		
11/01	B	7362-4E		
D 0 1 F 9/08	D			

発明の数1(全 5 頁)

(21)出願番号	特願昭62-310259	(71)出願人	999999999 東洋紡績株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号
(22)出願日	昭和62年(1987)12月8日	(72)発明者	一柳 隆治 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡 績株式会社総合研究所内
(65)公開番号	特開平1-150444	(72)発明者	小野 芳樹 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡 績株式会社総合研究所内
(43)公開日	平成1年(1989)6月13日	(72)発明者	石原 英昭 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡 績株式会社総合研究所内
		(74)代理人	弁理士 植木 久一 (外1名)
		審査官	沼沢 幸雄
		(56)参考文献	特開 昭61-123448 (J P, A) 特開 昭55-64948 (J P, A)

(54)【発明の名称】 一方向樹枝状組織を有する高靱性及び高柔軟性の金属繊維

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】一次アームが金属繊維軸に対して20度以内の角度で成長した樹枝状晶群の集合組織を呈し、直径が100μm以下のものであることを特徴とする一方向樹枝状組織を有する高靱性及び高柔軟性の金属繊維。

【請求項2】円形断面を有するものである特許請求の範囲第1項に記載の金属繊維。

【請求項3】金属が、Fe-Si系合金、Fe-Al系合金、Fe-Si-Al系合金よりなる群から選択されたものである特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の金属繊維。

【請求項4】金属がFe-Si-希土類金属系合金、Fe-Al-希土類金属系合金、Fe-Si-Al-希土類金属系合金よりなる群から選択されるものである特許請求の範囲第1項又は第2項に記載の金属繊維。

【請求項5】希土類金属が原子番号57～71のランタン系

2

列から選択される1種又は2種以上の金属である特許請求の範囲第4項に記載の金属繊維。

【請求項6】希土類金属がCeである特許請求の範囲第5項に記載の金属繊維。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

本発明は新規な金属組織を有する高靱性及び高柔軟性の金属繊維に関し、詳細には樹枝状組織の一次アームが繊維軸方向に沿って成長した特殊な金属組織を有し、靱性が極めて良好であって複合材料等の構造材料として有用であり、更には構造異方性を生かして磁性材料として活用することのできる金属繊維に関するものである。

【従来の技術】

金属繊維については新素材の研究あるいは用途開発を含めて多くの研究、提案がなされており、応用分野はます

まず拡大していく傾向が見られる。

金属繊維を製造する方法としては、次に示す様な色々の方法が知られている。

①棒状の金属材料を、超硬合金やダイヤモンド製のダイスによって線引きする方法。

この方法では、細径繊維を得るのに多段の伸処理を行わなければならない、また伸線工程で生じる内部歪を除去するのに焼なまし工程を要する等、工程数が多くて煩雑であり生産性にも問題がある。

②固形の金属材料を切削して細線状物を切り出す方法。

この方法は、上記①の方法に比べると簡便で工程数も少なく済む。しかしながら繊維の断面形状が不均一であるばかりでなく表面に切欠き欠陥等ができ易く、繊維の均質性などに問題がある。

③熔融金属を細径のノズルから押出して冷却凝固させる熔融紡糸法。

この方法にはガラス被覆紡糸法、水流中紡糸法、回転液中紡糸法等が含まれ、これらの方法によって様々の金属あるいは合金よりなる結晶質繊維や非晶質（アモルファス）繊維が製造されており、現在のところ金属繊維の性能、生産性の何れからしても前記①、②の方法よりも有な方法とされている。

こうした状況の下で本発明者らもかねてより熔融紡糸法、殊に回転液中紡糸法を利用した金属繊維の製法について研究を行っており、かかる研究の一環として先に特開昭62-56393号公報に記載の発明を開発した。この発明は、熔融紡糸における凝固条件等を制御することによって、色々な長さからなる単結晶が粒界を境にして竹状に連続的に連なった構造を有する特殊な組織の金属繊維を得るものであり、様々の分野への用途開発が進められている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明者らはその後も回転液中紡糸法を主体とする金属繊維の製法及び物性改善について研究を進めているが、前述の様な状況の下で本発明は、熔融紡糸条件等を色々工夫することによって、従来の金属繊維とは異質の結晶組織を有し、その利用分野を更に拡大していくことのできる様な金属繊維を提供しようとするものである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明に係る金属繊維の構成は、一次アームが金属繊維軸に対して20度以内の角度で成長した樹枝状晶群の集合組織を呈するものであるところに要旨を有するものである。

〔作用〕

周知の通り回転液中紡糸法とは、回転する円筒状中空ドラムの内周面側に遠心力によって冷却液体層を形成しておき、該冷却液体層内へ細径のノズルから熔融金属を細線状に噴出させて急冷凝固させ、そのまま中空ドラムの内周面側へ又は他の適当な装置に巻取っていく方法であり、種々の金属材料を細い繊維状とすることができる。

ところで、合金の種類によっては上記回転液中紡糸法によって得られる金属繊維の靱性が繊維径によってばらつき、特に太径のものは非常に脆く、約90度以上に曲げると簡単に折れてしまうため取扱いが困難であり汎用性に欠ける場合もある。そしてこの様な靱性の乏しい従来の金属繊維の内部構造を見ると、繊維軸に対して直交する横断面内には常に（どの断面を見ても）2個以上の結晶粒が存在しており、いわゆる多結晶質構造を有するものであることが確認されている。これに対したとえば直径130 $\mu$ m程度の細径金属繊維では、特開昭62-56393号公報に記載した様に「竹の節の間」状の単結晶質部分が繊維軸方向に0.1~5mm程度の不規則な間隔で継がった構造となり、該単結晶構造を有する部分の靱性は非常に良好で、180度に密着曲げた場合でも折断することのない柔軟なものとなる。

ところがこの金属繊維でも、結晶粒界に相当する「竹の節」の部分の靱性は悪く、該「竹の節」の部分で180度曲げを行なった場合は折断する恐れがある。

しかしながらその後更に研究を行なった結果、回転液中紡糸用紡出ノズルの直径を100 $\mu$ m以下に設定し、熔融金属が凝固するときの冷却速度を更に大きくすると、繊維軸方向に樹枝状晶（基本単位模式図を第3図（a）に示す）群が並んだ集合組織のものとなり、該紡出ノズル径を小さくして繊維径を小さくするほど、当該樹枝状晶の一次アームと繊維軸とのなす角度は小さくなる。そしてこの角度が小さくなればなるほど、即ち一次アームが繊維軸と平行に近いものほど金属繊維の柔軟性は優れたものとなること、が明らかとなった。そして該樹枝状晶の一次アームと繊維軸とのなす角度が20度以下である金属繊維（第3図（b）,（c）は、前記公開公報に記載された「竹の節」状の金属繊維に比べても更に優れた靱性を示すものとなることが確認された。

回転液中紡糸法によって金属繊維を製造する場合、繊維径（紡出ノズル径にほぼ対応する）を100 $\mu$ m以下とすることによって何故「竹の節」状の結晶粒界が無くなり、上記の様な結晶組織が生成するのか、その理論的説明はなされておらないが、紡糸時における金属溶湯流の太さの違いによって冷却液体層中での冷却速度が変わり、結晶の生成及び成長状況に変化が生じたためと考えられる。何れにしてもこの様な一方向樹枝状組織を有する金属フィラメントは非常に柔軟性の富んだものとなり、密着曲げが可能であるほか引張試験においても伸びが著しく大きくなり、工業的に見て非常に取扱い易い材料である。しかもこの金属繊維は、応力集中部位となる「竹の節」部分を有していないので、更に高次の加工（伸線加工や圧延等）を行なうこともできる。

本発明で使用される金属としては種々のものが考えられるが、中でも本発明の特徴を最も有効に発揮するのはFe-Si系合金、Fe-Al系合金、Fe-Si-Al系合金であり、これら鉄合金中に適量の希土類金属を1種又は2種以上

含有せしめたものも好ましいものとして挙げられる。尚希土類金属として特に好ましいのは原子番号が57~71のランタン系列から選択されるものであって、具体的にはLa, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Luであり、これらは単独で含有させてもあるいは2種以上を複合して含有させることもできる。上記希土類金属の中でも特に好ましいのはCeである。更に本発明を実施するに当たっては、金属繊維の用途や要求特性に応じて更に他の合金成分を配合することも可能である。

次に本発明に係る金属繊維の製法について説明する。この方法の基本的構成は特開昭55-64948号や前記特開昭62-56393号として開示した回転液中紡糸法に従う。たとえば第1、2図はその方法を例示する概略正面図及び一部波断側面図であり、回転ドラム6を高速回転させることによってその内周面側に冷却液体層8を形成する。そして該冷却液体層8の液面9又は液中に向けてるつば1下面の噴出ノズル2から金属溶湯を噴出させ、金属を繊維4状にして急冷凝固させながら回転ドラム6の内周壁に巻回していく。図中3は金属を溶融させるためのヒーター、5は溶融金属噴出用の不活性ガス、7はモータ、10はベルトを夫々示す。そして冷却液体層の周速度を、噴出ノズル2からの溶融金属噴出速度と実質的に同一かまたはそれよりやや早くしておけば、断面の寸法及び形状が均一な金属繊維が得られ易い。またここで使用される冷却液体は純粋な液体、溶液、エマルジョン等いずれであってもよいが、コスト及び冷却効率を総合すると最も好ましいは水である。回転ドラムは横向きでも縦向きでもよいが、該ドラム内における冷却液体層の表面速度は300~800m/min程度、金属溶湯の冷却液体層への進入角度は40~80°、噴出ノズル2と液面9との距離は0.5~4mm程度が夫々好適である。

この回転液中紡糸法を採用する場合特に注意しなければならないのは、噴出ノズル2の口径を100μm以下とし、紡糸される金属繊維の直径が100μm以下となる様にしなければならない点である。即ち噴出ノズル2の口径が100μmを超える大径のもであると、紡糸される金属繊維の直径が100μmを超えるものとなって、冷却速度を十分に高めることができなくなり、樹枝状組織の一次アームと繊維軸とのなす角度が20度を超え、満足のいく靱性及び柔軟性のものが得られない。これに対し100μm以下の小径の噴出ノズルを使用すれば、直径が100μm以下で樹枝状組織の一次アームが繊維軸方向に対して20度以下の角度を有する組織となり、靱性及び柔軟性の優れた金属繊維が得られる。

#### 〔実施例〕

##### 実施例1

第1、2図に示した様な回転液中紡糸法を採用し、Fe-6.5wt%Siを原料とし、直径の異なる種々の紡出ノズルを用いて色々な直径の鉄系金属繊維を作製した。冷却液体としては水(15°C)を使用した。尚紡出ノズルの直径

が変わると紡糸条件も変化するが、基本的には回転ドラム中の水層の表面速度が溶融金属のジェット流速と同等もしくは若干速くなる様に、ドラムの回転速度と金属溶湯の噴出速度をコントロールすることにより、直径200μm, 160μm, 70μmの3種の金属繊維を得た。

このうち、直径200μmの繊維は、樹枝状組織が観察されたものの、その一次アームと繊維軸とのなす角度が一樣でなく、その結果多結晶構造を示し、全長に亘って柔軟性の乏しいものであった。これに対し直径160μmの金属繊維では、部分的に樹枝状組織の一次アームが繊維軸に対して約20度の角度で成長している部分が見られ、この部分は柔軟で密着曲げが可能であったが、それ以外の部分の柔軟性は不十分であり、また直径70μmの繊維は樹枝状組織の一次アームと繊維軸とのなす角度が5度以下の一様に揃った組織を有しており、繊維の全長に亘って密着曲げが可能であった。

また、直径70μmの金属繊維は、直流磁化測定において飽和磁束密度は2.0ステラ、保磁力は0.4エルテッド、比透磁率は31,000、角形比は0.8と、優れた軟磁気特性を有するものであった。

##### 実施例2

実施例1と同様にして溶融Fe-25wt%Alから直径の異なる2種の鉄系金属繊維(直径210μm及び70μm)を紡糸した。直径210μmの金属繊維はすべてが多結晶構造であって全長に亘り非常に脆弱であるのに対し、直径70μmの金属繊維は全長に亘り、一方向樹枝状組織の集合組織を有しており、その一次アームと繊維軸となす角度は約4度で、どの位置でも密着曲げが可能であった。

##### 実施例3

30 Fe-5.2wt%Al-2.7wt%Siの鉄系金属を使用し、実施例1と同様にして直径220μm及び65μmの鉄系金属繊維を作製した。

直径220μmの金属繊維はすべてが多結晶構造であって全長に亘り非常に脆弱であるのに対し、直径65μmの金属繊維は全長に亘り一方向樹枝状組織を有しており、その一次アームと繊維軸とのなす角度は約3度で、密着曲げ可能な極めて柔軟性のすぐれたものであった。

#### 〔発明の効果〕

本発明は以上の様に構成されており、金属繊維本来の優れた特性を保持しつつ、脆弱さを改質して極めて柔軟で曲げ易い特性を与えることができ、その取扱性を著しく改善することができた。しかも樹枝状組織の成長方向が一方向に指向しており磁気特性にも優れたものであるので、たとえば磁気センサーや磁心などへの適用も容易となり、応用分野の大幅な拡大が期待される。

#### 〔図面の簡単な説明〕

第1、2図は回転液中紡糸法を説明するための図であり、第1図は概略正面図、第2図は一部断面側面図である。また第3図(a)は樹枝状組織の基本単位の模式図を、(b)および(c)は、一次アームと繊維軸とのな

7

8

す角度が20度以下である一方向樹枝状組織を示す模式図である。

1: るつば、2: 噴出ノズル

3: ヒータ、4: 繊維

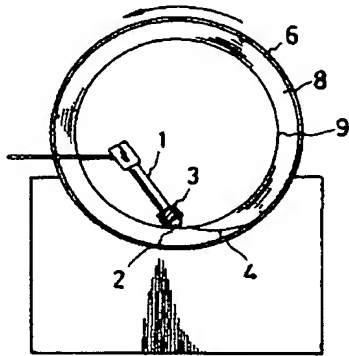
\* 5: 不活性ガス、6: 回転ドラム

7: モータ、8: 冷却液体層

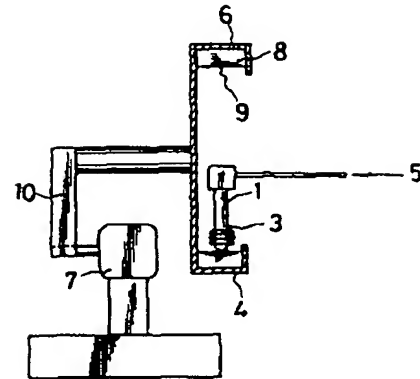
9: 冷却液面、10: ベルト

\*

【第1図】

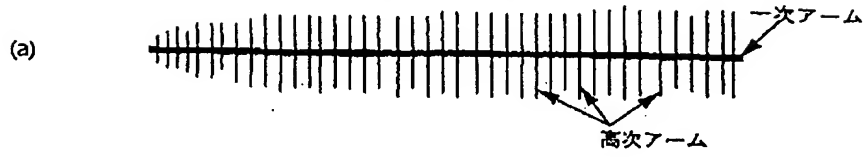


【第2図】



【第3図】

樹枝状晶の基本単位模式図



繊維縦断面模式図

